

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 657 556

②1 N° d'enregistrement national : 90 00919

⑤1 Int Cl⁸ : B 29 D 11/00; G 02 B 6/22; C 08 F 20/14, 20/18;
B 29 C 55/00//C 08 F 20/14, 220:22, 212:14)

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 26.01.90.

③0 Priorité :

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : 02.08.91 Bulletin 91/31.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : BOSC Dominique — FR, GUILBERT
Martine — FR et TOINEN Christian — FR.

⑦2 Inventeur(s) : BOSC Dominique, GUILBERT Martine
et TOINEN Christian.

⑦3 Titulaire(s) :

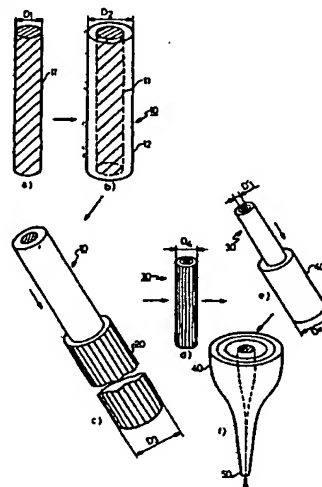
⑦4 Mandataire : Cabinet Regimbeau Martin Schrimpf
Warcoin Ahner.

⑤4 Procédé de fabrication de guides optiques circulaires monomodes en polymère.

⑤7 L'invention concerne un procédé de fabrication d'une
fibre optique polymère monomode, comprenant une pre-
mière étape de réalisation d'une première préforme (10)
constituée par un barreau cylindrique (11) de diamètre D_1 ,
en un premier polymère, dit polymère de cœur, et par une
gaine optique (12) de diamètre D_2 , entourant ledit barreau
cylindrique (11), en un deuxième polymère, dit polymère de
gaine. Selon l'invention, ce procédé comporte les étapes
supplémentaires suivantes:

- emboîtement de ladite première préforme (10) dans un
premier tube (20) de diamètre intérieur D_2 et de diamètre
extérieur D_3 , en un troisième polymère, dit polymère de
tube,
- réalisation d'une seconde préforme (30) de diamètre D_4
par étirage partiel du premier tube (20) contenant la pre-
mière préforme (10),
- emboîtement de ladite seconde préforme (30) dans un
second tube (40) de diamètre intérieur D_4 et de diamètre
extérieur D_5 , réalisé en polymère de tube,
- fibrage du second tube (40) jusqu'à ce que le diamètre
de cœur d_c ait la dimension requise pour que la fibre opti-
que (50) ainsi obtenue soit monomode.

Application aux télécommunications par fibres optiques.



FR 2 657 556 - A1



La présente invention concerne un procédé de fabrication d'une fibre optique polymère monomode.

5 L'invention trouve une application particulièrement avantageuse dans le domaine des télécommunications par fibres optiques, et notamment dans celui des fibres optiques fonctionnant dans le proche infrarouge. L'objet de l'invention est, en effet, de définir les conditions d'obtention d'une fibre optique polymère monomode présentant, d'une part, un diamètre de coeur et une ouverture numérique compatibles avec la propagation d'un seul mode pour une longueur d'onde comprise, par
10 exemple, entre 0,6 μm et 2 μm , et, d'autre part, une atténuation inférieure à 0,1 dB/cm aux longueurs d'onde couramment employées pour la silice, de façon à réaliser des composants divers que l'on puisse connecter à des fibres optiques monomodes en silice ou en tout autre matériau, ou qui soient susceptibles d'être couplés à une source, un détecteur ou tout autre
15 composant actif en assurant, sur de petites longueurs, une transmission monomodale.

Les procédés de fabrication de fibres optiques polymères actuellement connus concernent essentiellement les fibres multimodes.

20 En particulier, les procédés par extrusion (brevets français 2 405 806 et 2 405 807) ou par filage (brevet français 2 493 997) conduisent à des fibres optiques polymères dont le coefficient d'atténuation est cependant beaucoup trop important pour que ce type de fibres puissent connaître un réel développement au stade industriel.

25 Le mérite du brevet français 2 557 495 est d'avoir identifié les causes des mauvaises performances en transmission des fibres obtenues par les méthodes de fabrication mentionnées ci-dessus, et de proposer une nouvelle approche de la réalisation des fibres optiques polymères. Le procédé selon le brevet français 2 557 495 repose sur la mise en oeuvre d'une préforme gaine-coeur constituée par un barreau cylindrique en un
30 premier polymère, le polymère de coeur, et par une gaine optique, entourant le barreau cylindrique, en un deuxième polymère, le polymère de

gaine. Cette préforme est réalisée dans des conditions de propreté permettant d'obtenir une interface gaine-coeur exempte d'irrégularités dues à la pollution à la surface du coeur, et responsables des pertes optiques importantes et donc de la forte atténuation des fibres fabriquées selon les procédés traditionnels.

Toutefois, ces méthodes connues de fabrication de fibres optiques polymères ne permettent pas de réaliser des fibres monomodes, car elles conduisent à un diamètre de coeur et une ouverture numérique incompatibles avec la propagation monomodale d'un rayonnement dont la longueur d'onde est située dans la gamme visée, à savoir $0,6 \mu\text{m}$ à $2 \mu\text{m}$.

Aussi, le problème technique à résoudre par l'objet de la présente invention est de proposer un procédé de fabrication d'une fibre optique polymère monomode, comprenant une première étape de réalisation d'une première préforme constituée par un barreau cylindrique de diamètre D_1 , en un premier polymère, dit polymère de coeur, et par une gaine optique de diamètre D_2 , entourant ledit barreau cylindrique, en un deuxième polymère, dit polymère de gaine, procédé qui, outre qu'il garantit une bonne transmission optique par la mise en oeuvre du procédé décrit dans le brevet français 2 557 495, permettrait d'assurer des caractéristiques géométriques compatibles avec l'unimodalité et les exigences de la connectique "fibres optiques", à savoir concentricité du coeur par rapport à la fibre et, éventuellement, diamètre de fibre, et d'éviter également au maximum les biréfringences induites lors de la fabrication de la fibre, et dont l'instabilité risquerait de faire évoluer la qualité de la transmission au cours du temps.

La solution au problème technique posé consiste, selon la présente invention, en ce que le procédé de fabrication d'une fibre optique polymère monomode comprend, outre la première étape de réalisation de la première préforme, les étapes supplémentaires suivantes :

- emboîtement de ladite première préforme dans un premier tube de diamètre intérieur D_2 et de diamètre extérieur D_3 , en un troisième polymère, dit polymère de tube,

- réalisation d'une seconde préforme de diamètre D_4 par étirage partiel du premier tube,
- emboîtement de ladite seconde préforme dans un second tube de diamètre intérieur D_4 et de diamètre extérieur D_5 , réalisé en polymère de tube,
- fibrage du second tube jusqu'à ce que le diamètre de coeur d_c ait la dimension requise pour que la fibre optique ainsi obtenue soit monomode.

Plus précisément, la condition d'unimodalité impose que la fréquence normalisée V de la fibre donnée par

$$V = \pi d_c (n_c^2 - n_g^2)^{1/2} / \lambda \quad (1)$$

où λ est la longueur d'onde et n_c et n_g les indices respectifs du coeur et de la gaine, soit inférieure ou égale à 2,4. La dernière étape de fibrage doit donc amener le diamètre de coeur d_c à une valeur inférieure ou égale à

$$2,4 \lambda / \pi (n_c^2 - n_g^2)^{1/2} \quad (2)$$

Ainsi, le procédé selon l'invention conduit à une fibre optique polymère monomodale présentant une transmission satisfaisante, acquise lors de la première étape réalisée conformément à l'enseignement du brevet français 2 557 495, et dont les opérations de réduction du diamètre de coeur sont facilitées par la succession des étapes d'emboîtement et d'étirage dans la mesure où il est beaucoup plus aisé de manipuler des barreaux ou des tubes de diamètre supérieur ou égal à 4 mm que des fils de 1 mm ou moins. En effet, la Demanderesse a expérimenté une méthode qui consistait à surmouler, en une ou plusieurs fois, le matériau de gaine autour d'un fil de coeur de 500 μ m de diamètre, puis à fibrer directement pour obtenir la fibre monomode. Il a été constaté que, sous l'effet du pouvoir solvant du monomère de gaine ou de la contraction de celui-ci à la polymérisation, le fil central de coeur se détériore ou se tord. Il était donc

très difficile par cette technique d'espérer réaliser à la fois une bonne interface coeur-gaine et une concentricité suffisante des diamètres de coeur et de fibre.

5 Un mode de mise en oeuvre particulièrement avantageux du procédé selon l'invention consiste en ce que, le polymère de gaine étant identique au polymère de coeur, un incrément d'indice est apporté dans le coeur par copolymérisation du monomère de base avec un autre monomère d'indice supérieur et/ou adjonction d'une molécule élévatrice d'indice. Inversement, on peut envisager que le polymère de gaine est constitué par 10 du polymère de coeur copolymérisé statistiquement avec une très faible quantité de monomère possédant un indice de réfraction très bas.

La description qui va suivre en regard des dessins annexés, donnés à titre d'exemples non limitatifs, fera bien comprendre en quoi consiste l'invention et comment elle peut être réalisée.

15 La figure 1 est une représentation schématique des étapes du procédé selon l'invention.

La figure 2 est un diagramme donnant l'atténuation spectrale d'une fibre optique monomode en polymère réalisée selon le procédé conforme à l'invention.

20 Le procédé de fabrication d'une fibre optique polymère monomode, représenté schématiquement sur la figure 1, comprend une première étape de réalisation d'une première préforme 10 constituée par un barreau cylindrique 11 de diamètre D_1 (figure 1a), en un premier polymère, dit polymère de coeur, et par une gaine optique 12 de diamètre D_2 (figure 1b), entourant ledit barreau cylindrique 11, en un deuxième polymère, dit polymère de gaine. Cette première préforme 10 est réalisée 25 par mise en oeuvre du procédé décrit dans le brevet français 2 557 495, lequel est inclus par référence dans la présente demande. On rappellera seulement succinctement que ce procédé connu est caractérisé en ce que :

30 a) on polymérise un mélange polymérisable du polymère de coeur pour former le barreau cylindrique 11,

- b) on nettoie ce barreau cylindrique par le monomère de gaine distillé dans une unité de distillation cryogénique,
- c) au bout de l'unité de distillation, on place le barreau cylindrique 11 dans une cavité cylindrique de façon que les grands axes du barreau et de la cavité coïncident sensiblement, et on met l'ensemble barreau/cavité sous vide primaire,
- d) on remplit l'espace existant entre les parois internes de la cavité et le barreau d'un mélange à polymériser du polymère de gaine,
- e) on polymérise le mélange,
- f) on prélève ensuite la première préforme 10 ainsi obtenue.

Tous les matériaux peuvent convenir pour le coeur tels que, par exemple, les polymères méthacryliques, α -haloacrylates, styréniques, les carbonates et les carbonates de vinyle, qui présentent une température de transition vitreuse T_g supérieure à 80°C et une température de fibrage comprise entre 150°C et 300°C.

Pour la gaine optique 12, il convient d'utiliser un polymère dont le monomère est compatible avec la technique de purification exposée dans le brevet français 2 557 495. Il peut s'agir aussi d'association de monomères. L'indice n_g du polymère obtenu doit répondre aux exigences de l'unimodalité rappelées ci-dessus, à savoir que la fréquence normalisée V donnée par la formule (1) doit être inférieure à 2,4. Si $\lambda = 0,8 \mu\text{m}$ et $d_c = 5 \mu\text{m}$, on obtient l'inégalité :

$$n_c^2 - n_g^2 \leq 1,49 \times 10^{-2}$$

avec $n_c = 1,5$, on a alors $n_c - n_g \leq 5 \times 10^{-3}$.

Enfin, le polymère de gaine doit être compatible du point de vue mécanique, thermique et rhéologique avec le polymère de coeur. Contrairement aux fibres optiques polymères multimodes pour lesquelles le coeur et la gaine sont constitués de polymères très différents, et parce que l'indice de réfraction de la gaine doit, comme on l'a vu, être très proche de

l'indice du coeur, les conditions de compatibilité sont bien satisfaites en utilisant pour polymère de gaine le polymère de coeur copolymérisé statistiquement avec une très faible quantité de monomère possédant un indice de réfraction très bas.

5 Ce monomère peut être, par exemple, un méthacrylate de trifluoroéthyle dont le polymère a un indice de 1,411 à 20°C dans le visible ; si le polymère de coeur a un indice de 1,49 dans les mêmes conditions, le mélange de monomère de gaine peut être constitué à 93,7 % en poids de méthylmétacrylate et à 6,3 % de méthacrylate de trifluoroéthyle. Le coût
10 de ce monomère importe peu, il est plutôt choisi pour sa compatibilité chimique et son indice de réfraction. Dans le cas où on utiliserait une molécule particulière ou un monomère spécial (pour ses propriétés électrooptiques par exemple) introduit dans le mélange qui constituera le coeur, il est impératif de mesurer l'indice de réfraction du coeur ainsi
15 formé et d'adapter les produits rentrant dans la composition de la gaine de façon à ce que la différence d'indice coeur-gaine soit compatible avec la propagation unimodale.

De même, il est important de noter que, lorsque le polymère de gaine est choisi identique au polymère de coeur, un incrément d'indice
20 est apporté dans le coeur par copolymérisation du monomère de base avec un autre monomère d'indice supérieur et/ou par adjonction d'une molécule élévatrice d'indice qui peut être un produit que l'on rajoute pour obtenir d'autres propriétés, comme par exemple des propriétés d'optique non linéaire.

25 Pour des raisons de tenue mécanique, D_1 est, de préférence, supérieur ou égal à 4 mm. D'autre part, il est avantageux que D_2/D_1 soit supérieur ou égal à 2 pour que la gaine optique purifiée couvre tout le mode en propagation. Mais, à cause de l'effet solvant du monomère sur le barreau cylindrique 11 de diamètre D_1 , D_2/D_1 doit être inférieur à une
30 certaine limite : si le polymère de coeur est du polyméthacrylate de méthyle et si le polymère de gaine est un comonomère à base de méthacrylate de méthyle à plus de 90 % par exemple, D_2/D_1 doit être inférieur à 5.

Comme l'indique la figure 1c, la première préforme 10 est ensuite emboîtée dans un premier tube 20 de diamètre intérieur D_2 et de diamètre extérieur D_3 , en un troisième polymère, dit polymère de tube. Les polymères de tube utilisés doivent avoir des températures de fibrage et de transition vitreuse compatibles avec celles du polymère de coeur. Il n'y a pas de conditions particulières sur leur indice de réfraction, car ils ne servent que de matériau de renfort. Pour des raisons de facilité d'usinage du premier tube 20, le rapport D_3/D_2 est choisi au moins égal à 1,25.

Une seconde préforme 30 (figure 1d) de diamètre D_4 est ensuite réalisée par étirage partiel du premier tube 20 contenant la première préforme 10. Pour les mêmes raisons que le diamètre D_1 , le diamètre final D_4 est pris au moins égal à 4 mm.

La seconde préforme 30 est emboîtée à son tour (figure 1e)) dans un second tube 40 de diamètre intérieur D_4 et de diamètre extérieur D_5 , réalisé en polymère de tube. Enfin, la fibre optique finale 50 est obtenue par fibrage du second tube 40 jusqu'à ce que le diamètre de coeur d_c ait satisfait à la condition d'unimodalité rappelée à la formule (2) ci-dessus. - Pour des raisons d'homothétie, il y a avantage à ce que le rapport D_5/D_1 soit égal au rapport d_e/d_c , D_1 étant le diamètre de coeur de la seconde préforme 30 et d_e le diamètre extérieur de la fibre optique 50.

Il est préférable également, pour obtenir des barreaux de longueur suffisante et de diamètre régulier, que la réduction de D_3 en D_4 soit telle que $D_3/D_4 \geq 4$.

Un exemple de mise en oeuvre du procédé selon l'invention est maintenant décrit en détails.

Un barreau de coeur 11 est réalisé en polyméthacrylate de méthyle dont le monomère a subi les purifications d'usage, ainsi que le tube réacteur. Pour éviter les cristallisations, il est préférable de réaliser un copolymère statistique avec le méthacrylate de méthyle et le méthacrylate d'éthyle ou le méthacrylate d'isopropyle. La polymérisation peut être de type thermique ou ultraviolette selon le système d'amorçage choisi.

Lorsque le barreau 11 est terminé ($D_1 = 5$ mm), il est introduit dans un tube en matériau connu sous le nom de Pyrex (marque déposée) et fixé de manière à être centré. Ce tube de Pyrex est branché sur une rampe de purification et mis sous vide primaire légèrement inférieur à celui de la rampe. Du monomère de méthacrylate de méthyle et un monomère possédant un indice de réfraction très bas choisi parmi les monomères suivants : méthacrylate d'ester fluoré, styrène penta fluoré, carbonate fluoré, par exemple, du monomère de méthacrylate de trifluoroéthyle à quelques pour cent en mole, de façon à produire un indice de réfraction un peu plus faible que le barreau de coeur 11, sont introduits après lavage du barreau 11 et du tube de Pyrex, et est polymérisé par voie thermique ou ultraviolette pour former la gaine optique 12 et la première préforme 10 de diamètre D_2 de 15 mm, par exemple.

Un premier tube 20 de diamètre extérieur $D_3 = 25$ mm est emboîté sur la première préforme 10. Ce premier tube 20 peut être fait avec le copolymère de même composition que la gaine optique 12 - La qualité de l'interface a peu d'importance ici -

L'ensemble est mis en recuit à une température proche de la température de transition vitreuse du polymère et, dans le cas des matériaux utilisés dans cet exemple de mise en oeuvre, elle peut être de 100°C pendant 24 heures.

Le premier tube 20 contenant la première préforme 10 est étiré dans un four de fibrage de façon à obtenir une seconde préforme 30 de diamètre final $D_4 = 5$ mm \pm 0,25 mm sur 30 cm environ.

Cette seconde préforme 30 est emboîtée dans un second tube 40 de diamètre $D_4 = 25$ mm - L'ensemble est alors recuit comme précédemment.

Le tube 40 ainsi réalisé est fibré avec des vitesses de descente dans le four de 1 à 3 mm/mm, à une température de 220°C par exemple et avec une vitesse de cabestan pour tirer la fibre 50 de 31 à 55 m/mm. On obtient ainsi une fibre optique polymère monomode ayant la structure suivante : un coeur central de 5,6 μ m de diamètre, une gaine de 17 μ m pour un diamètre total de fibre de 140 μ m à 5 % près.

La figure 2 montre l'atténuation spectrale de la fibre optique ainsi obtenue qui est monomode au-dessus de 800 nm et présente une atténuation de 0,05 dB/cm environ.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication d'une fibre optique polymère monomode, comprenant une première étape de réalisation d'une première préforme (10) constituée par un barreau cylindrique (11) de diamètre D_1 , en un premier polymère, dit polymère de coeur, et par une gaine optique (12) de diamètre D_2 , entourant ledit barreau cylindrique (11), en un deuxième polymère, dit polymère de gaine, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes supplémentaires suivantes :
- emboîtement de ladite première préforme (10) dans un premier tube (20) de diamètre intérieur D_2 et de diamètre extérieur D_3 , en un troisième polymère, dit polymère de tube,
 - réalisation d'une seconde préforme (30) de diamètre D_4 par étirage partiel du premier tube (20) contenant la première préforme (10),
 - emboîtement de ladite seconde préforme (30) dans un second tube (40) de diamètre intérieur D_4 et de diamètre extérieur D_5 , réalisé en polymère de tube,
 - fibrage du second tube (40) jusqu'à ce que le diamètre de coeur d_c ait la dimension requise pour que la fibre optique (50) ainsi obtenue soit monomode.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que :
- le rapport D_2/D_1 est au moins égal à 2,
 - le rapport D_3/D_2 est au moins égal à 1,25,
 - le rapport D_5/D'_1 est égal au rapport d_e/d_c , D'_1 étant le diamètre de coeur de la seconde préforme (30) et d_e le diamètre extérieur de la fibre optique (50).
3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le rapport de réduction D_3/D_4 est au moins égal à 4.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que les réductions par étirage se font jusqu'à des

diamètres au moins égaux à 4 mm.

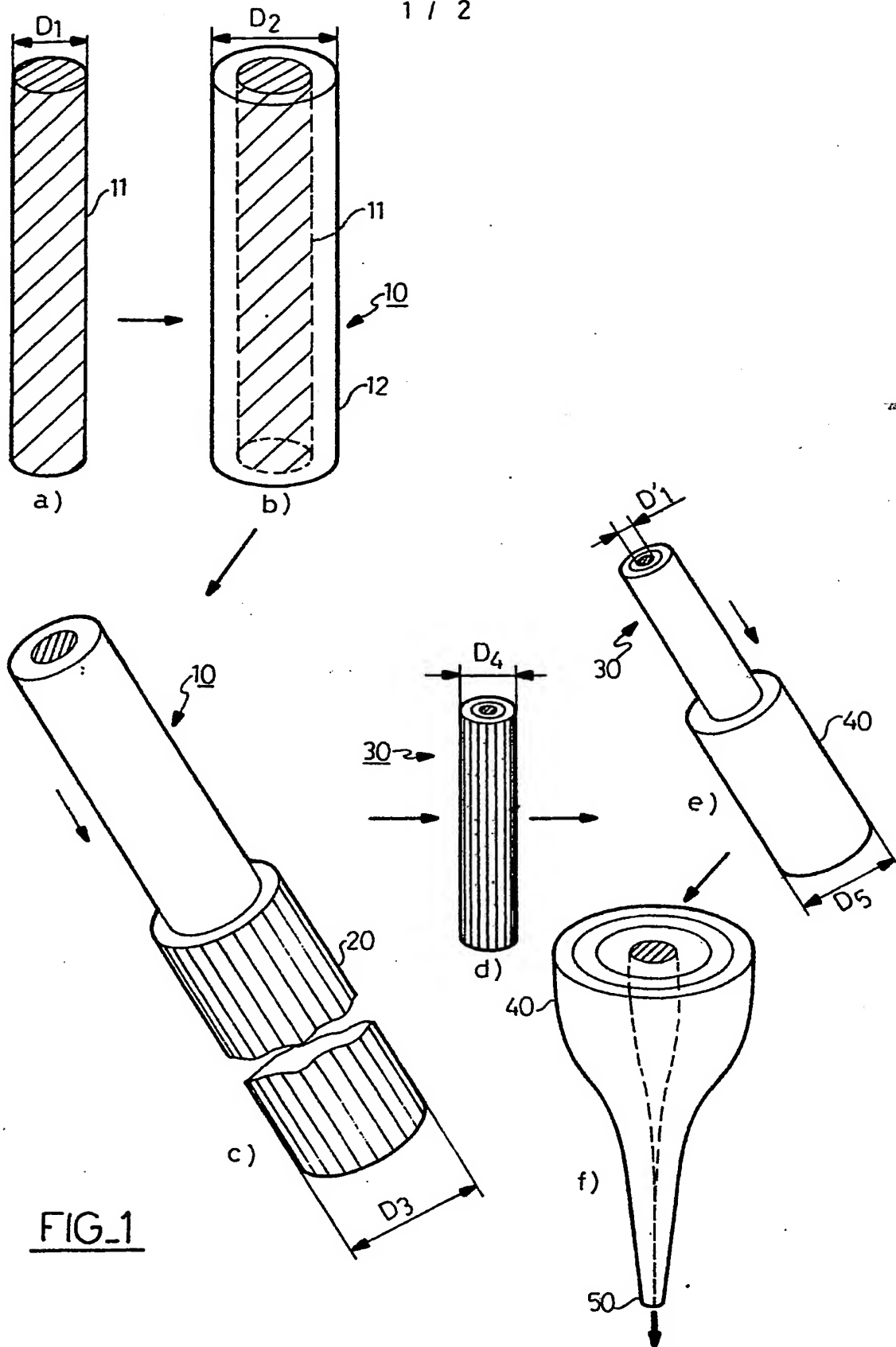
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que ledit polymère de coeur est choisi parmi les polymères suivants : les polymères méthacryliques, α -haloacrylates, styréniques, les carbonates et les carbonates de vinyle.

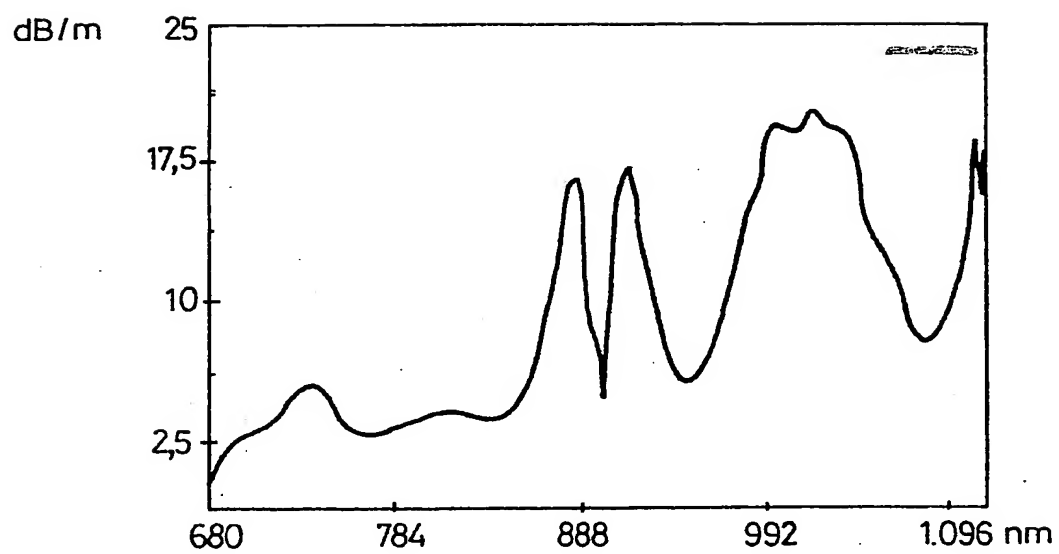
6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le polymère de gaine étant identique au polymère de coeur, un incrément d'indice est apporté dans le coeur par copolymérisation du monomère de base avec un autre monomère d'indice supérieur et/ou par adjonction d'une molécule élévatrice d'indice.

7. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que ledit polymère de gaine est constitué par du polymère de coeur copolymérisé statistiquement avec une très faible quantité de monomère possédant un indice de réfraction très bas.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que ledit monomère possédant un indice de réfraction très bas est choisi parmi les monomères suivants : méthacrylate d'ester fluoré, styrène pentafluoré, carbonate fluoré.

1 / 2



FIG_2

REPUBLIQUE FRANÇAISE

2657556

N° d'enregistrement
national

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FR 9000919
FA 444078

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
D,Y	EP-A-0 151 363 (BOSC) * Tout le document *	1-8
Y	GLASS TECHNOLOGY, vol. 28, no. 1, février 1987, pages 38-42, Sheffield, GB; H. POIGNANT et al.: "The preparation of fluoride glass single mode fibres" * Page 38, colonne 2, ligne 22 - page 39, colonne 2, ligne 21 *	1-8
D,A	FR-A-2 405 806 (E.I. DU PONT DE NEMOURS)	
D,A	FR-A-2 405 807 (E.I. DU PONT DE NEMOURS)	
A	EP-A-0 124 437 (COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE)	
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. C15)
		B 29 D C 03 B
Date d'achèvement de la recherche 26-10-1990		Examinateur ROBERTS P.J.
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

EPO FORM 1503 (03.82) (P0412)